

「金属水素化物の相転移と熱膨張」

I 目的 純金属と金属水素化物の熱膨張測定からその物理的特性を調べ、更にその計測システムと自動制御についても学ぶ。

II 解説

水素と金属水素化物

水素はあらゆる物質の根源であるとも言われており、全ての元素は宇宙開闢以来の核融合反応の積み重ねによって水素から作られてきた。宇宙の元素の存在比を見ても水素の存在量が断然多い。

金属中での水素は材料をもろく（水素脆性）する原因物質とされ、材料中の水素をどの様に減らすかが問題とされてきた。一方、水素を金属水素化物として多量に吸蔵させようとする研究も 20 世紀後半になって行われ、最近では、水素吸蔵材料を負極電極に用いた二次電池が日本で開発され、工業的にも生産量が増大するようになった。水素吸蔵合金は、金属が水素と反応して水素化物を形成した物である。その際に、反応熱の出入りが伴う。この反応を利用すると、さまざまなエネルギー分野での利用が可能となる。

水素は高温で多くの遷移元素と反応し、金属水素化物をつくる。水素原子は、原子半径が小さい（ ~ 0.30 nm）ため、金属格子の隙間（結晶格子間位置）に侵入し、侵入型水素化物を形成する。侵入型水素化物では、多量の水素が吸蔵されその密度は液体水素よりも大きくなる。

相転移

合金の相変態には、スピノーダル分解、マルテンサイト変態、磁気変態、その他、種々の相変態の種類があるが、多変数系の熱力学を対象とした場合、種々の変数の変化に対する相変態挙動の本質を見失わずに議論を進めるには、1 次相転移と 2 次相転移の相違を正確に理解しておくことが肝要である。

1 次相転移：自由エネルギー関数を温度で微分した場合、関数は 1 階微分で不連続になる。

2 次相転移：自由エネルギー関数を温度で微分した場合、関数は 2 階微分で不連続になる。

更に物理的に表現すると、自由エネルギーの温度による 1 階微分の主要部分はエントロピーであるので、1 次相転移はエントロピーが相転移に伴い不連続に変化する場合であり、2 次相転移はエントロピーが連続に変化する場合に対応する。

以上のことは Fig.1 のグラフを用いて説明される場合が多い。Fig.1 のグラフは縦軸が自由エネルギー、横軸が温度で、高温側にて α 相が安定であり、温度低下に伴い、 T_0 で β 相へと相転移する場合である。Fig.1 の (a) が 1 次相転移に対応し、に T_0 おいてグラフの傾き すなわちエントロピーが不連続に変化している。一方 (b) の 2 次相転移では、温度の低下に伴い曲線は勾配を連続的に変化させつつ α 相から β 相へと移り変わる（正確には Fig.1(b) は 2 次以上の高次相転移に対応）。

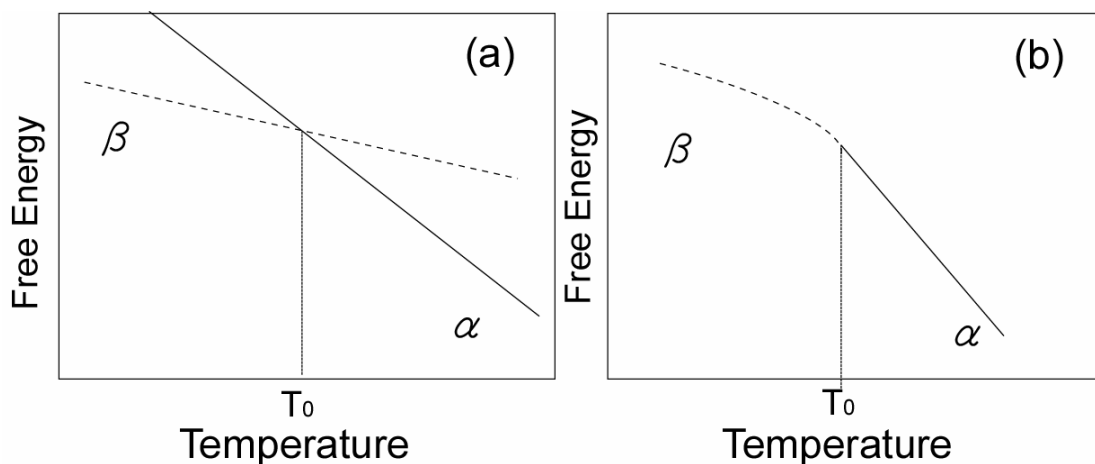


Fig. 1 1次相転移, 2次相転移における自由エネルギーの温度依存

ニオブ水素 (Nb-H) 化合物

金属-水素系の典型的な状態図として Nb-H 系の状態図を Fig.2 に示す。水素は母体金属格子の構造を変えることなく格子間に侵入してゆくが、ある温度以下ではスピノーダル分解（結晶構造が同じで組成の違う 2 相への分解; Nb-H 系における $\alpha + \alpha'$ ）や、水素が規則配列した第 2 相の析出 (Nb-H 系の β 、 δ (250K 以下の低温) 相など) が起こる。水素の規則配列によって母体格子は若干対称性が低くなるのがふつうである。水素濃度をさらに高くすると母体格子とは全く異なる構造の水素化物を生ずることもある。

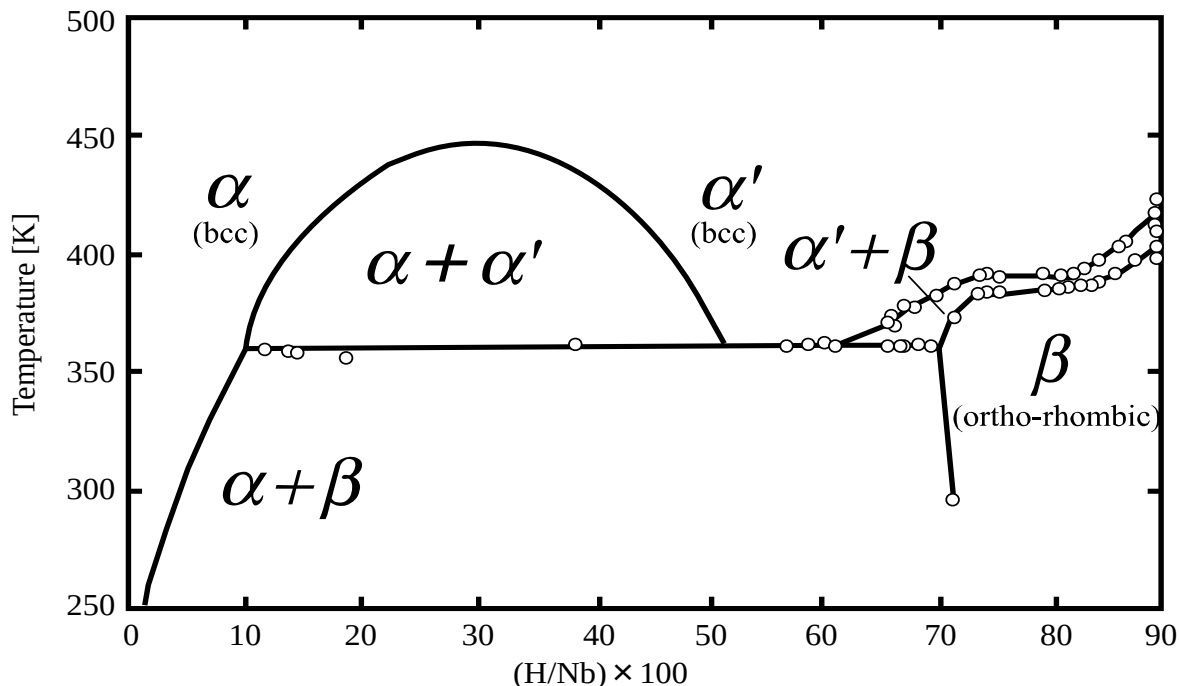


Fig. 2 Nb-H 系合金の二元合金状態図

金属中に侵入した水素は、格子間位置を占有する。Nb-H 系では体心立方 (BCC) 構造の四面体位置 (T-site) を占有する。 α 、 α' 相では BCC 構造を占有し、水素原子は格子間位置をランダムにジャンプを繰り返す。隣り合う格子間位置にジャンプする際にはエネルギーを必要としないため、 α 相中の水素

は自由に移動する気体的な振舞いをし、 α' 相では密度がやや高くなって液体的な振舞い示す。 β 相では温度も低くなるので規則的に配列して斜方晶（FCO）構造を占有する。こうして格子間位置に固溶した水素原子は、金属格子の局所的な歪みと一様な膨張を引き起こす。

MH_x の金属格子1個当たりの体積 Ω を

$$\Omega = \Omega_0 + x \Omega_H$$

と表すと、水素原子1個当たりの膨張の割合を示す Ω_H の値は希土類を除く遷移金属・合金ではほぼ一定で、 $\Omega_H = (2.6 \pm 0.5) \times 10^{-3} \text{ nm}^3$ となることが知られている。しかし、より詳しく見ると、BCC構造のT-siteでは、 $\Omega_H = (2.9 \pm 0.5) \times 10^{-3} \text{ nm}^3$ となっている。

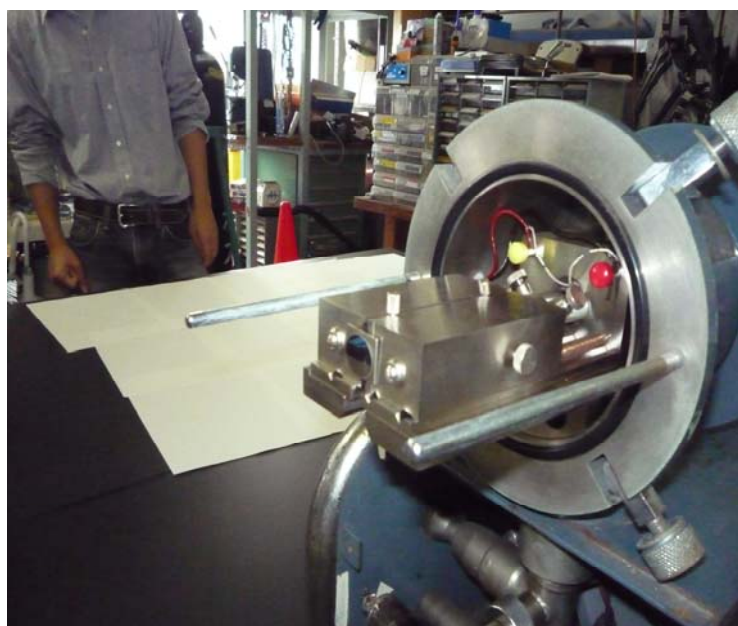
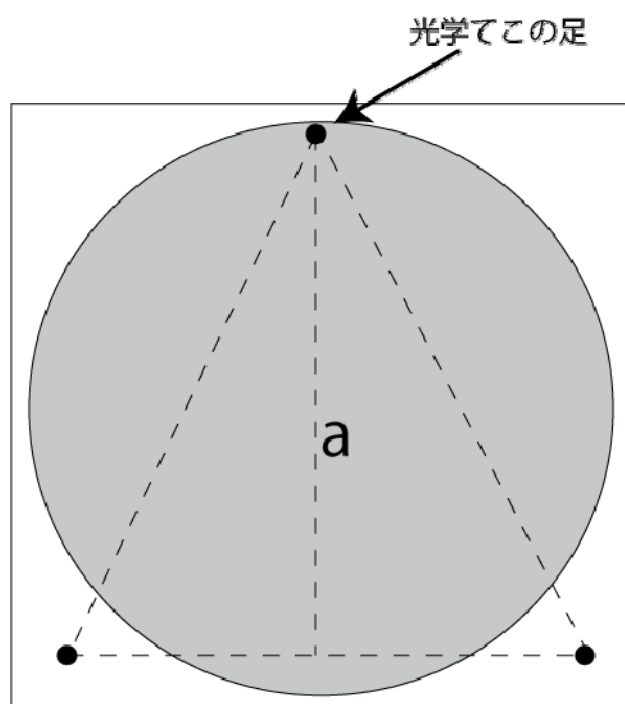
水素原子が母体格子の膨張を引き起こすのは次のような機構による。まず水素原子は最隣接金属原子に斥力を及ぼして外向きに変位させ、この局所的な変形が格子を外向きに変位させようとする応力を伴って弾性変形として遠方まで伝わっていく。試料表面では力は常にゼロでなくてはならないので、この外向きの力を打ち消すために試料全体が一様に膨張することによって内向きの力を生じるのである。したがって、格子膨張の大きさは局所的な歪みの大きさに比例し、水素濃度にも比例することになる。

BCC構造を持つ金属の場合には、水素原子作る局所的な歪み場は異方性を持っている。2個の最近接金属原子が外向きに押しやられて周囲に強い1軸性の歪み場が作られる。

局所的な歪み場に異方性があるときには、その応力場の重ね合わせによって格子定数にも異方性が生じることがある。Nb-H系の場合、 β 、 ϵ （250K以下の低温）相などでも特定の種類のT-siteを占有することによって格子がBCC構造から僅かに歪んでいる。

III 本多・佐藤型プッシュロッド式示差熱膨張計

Fig.3にある「光学てこ」のミラー部裏の足の配置を下図左に示す。そのミラー部は下図右の二本の金属可動ブロック中央部に、変化を確実に傾角として伝えるために磁気装着されている。



測定原理

本多・佐藤型プッシュロッド式示差熱膨張計の概略図を Fig. 3 に示す。

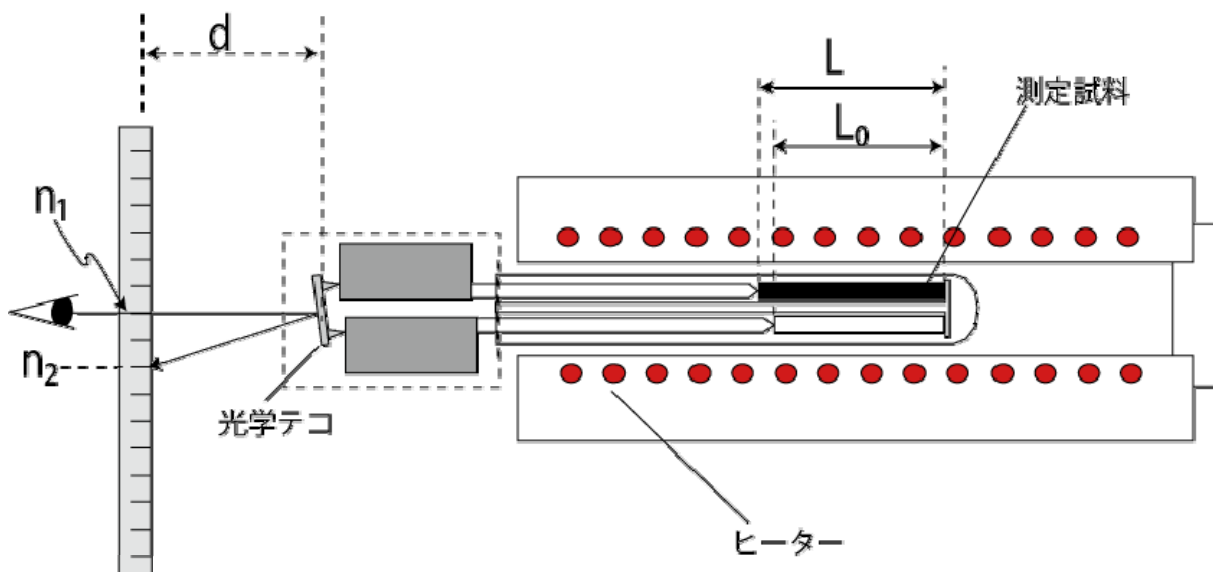


Fig.3 本多・佐藤型プッシュロッド式示差熱膨張計

試料および標準物質（熱膨張が無視できるほど小さい熔融石英）は、一端を封じた石英管内の共通の支持台に固定されており、それぞれ熔融石英で出来た石英誘導管と接触している。これらの誘導管は、それぞれ金属製可動ブロックに取り付けられており、その前面には、二つの可動ブロックにまたがって光学テコが永久磁石によって装着されている。

可動ブロックとブロックの置かれた台の間にはボールベアリングが実装され、金属同士の摩擦を取り除いており、ブロックと装置本体の間に張られたバネによって押棒は試料を押さえつける方向に応力がかけられている。電気炉によって試料と標準物質を加熱すると、これらの膨張は石英誘導管を通じて可動ブロックに伝達され、試料と標準物質の膨張の相対的な差が光学テコのわずかな回転として検出出来る。

ここで仮に、温度 T_1 での試料の長さ L_0 あるとき、光学テコの反射鏡に平行に置いたスケールの目盛を、望遠鏡の十字に合わせて読み、それを n_1 とする。次に温度 T_2 まで加熱したときの試料の長さを L_2 とし、微少な膨張 $\Delta L (=L-L_0)$ が生じ光学テコが微小角 θ だけ回転したとすると、入射角 θ に対して反射角 θ となるので目盛りの変化は 2 倍に増幅される。そのときの望遠鏡内の読みを n_2 とすれば、 $\tan \theta \approx \theta$ とおける回転角 θ に対して、

$$\Delta L = \frac{ab}{2d}$$

が得られる。ここで、 a は光学テコの脚の距離（No.1 は 9.85mm、No.2 は 10.10mm、 d はスケールから反射鏡までの距離である。 d を大きく採ればより微小の ΔL まで計測出来る。また、 $b = n_2 - n_1$ で、膨張の場合は正、収縮の場合は負とする。従って、式より線膨張率 $\alpha = \Delta L / L_0$ は

$$\alpha = \frac{ab}{(T_2 - T_1)2 dL_0} \quad \text{となる.}$$

測定方法および試料

線膨張の測定には、本多・佐藤型プッシュロッド式示差熱膨張計を用い、標準試料には溶融石英を用いた。また、試料には多結晶純 Nb バルク試料および高濃度水素化試料である Nb-H_xを用いた。また、Nb-H_xは多結晶 純 Nb 試料に水素を添加して作成した。

試料の詳細を Table. に示す。

Table 1 PureNb

製造元	株式会社 ニラコ
純度 [%]	99.9
長さ [mm]	79.95

Table 2 水素濃度 54%、74%

水素濃度 [w%]	54	74
長さ [mm]	82.52	83.01

Table 3 水素濃度 82%

水素濃度 [w%]	82
長さ[mm]	80.16

測定は室温から 600K の温度領域で、真空度約 0.1Pa の雰囲気下で行う。金属水素化物の昇温および降温速度は、試料温度の安定のため 3 K/min 以下と設定する。

装置校正

標準物質による校正

プッシュロッド式示差熱膨張測定によって得られる、試料の線膨張の変化は、標準試料との差分である。実際の変化はこの差分に標準試料の線膨張を加えることによって得られる。上述した様に、標準試料は溶融石英を用いている。よって、試料側にも標準物質と同じ長さの溶融石英を用いた場合、装置自身に問題がなければ、試料の線膨張の変化はゼロになるはずである。

そこで事前に、装置の特性を調べるために、試料側にも標準試料とほぼ同じ長さの溶融石英を取り付けて、室温から 650K の温度領域で測定を行った。また、純 Nb 試料の熱膨張係数測定結果も併せて Fig. 4 に示す。

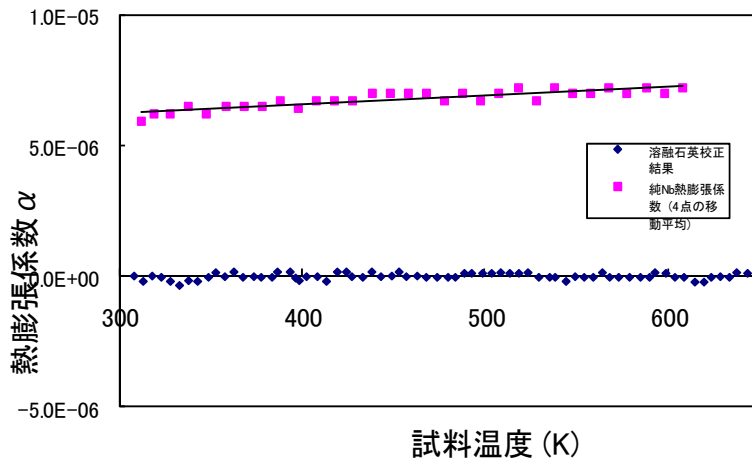


Fig.4 純 Nb 多結晶と熔融石英の熱膨張係数温度依存性

Fig.4 に示される様に、石英の熱膨張は測定値のばらつきの範囲でほとんど認められない。ばらつきに対しては、測定に用いた石英ロッドの長さや標準試料として用いた石英ロッドの長さとの間に僅かな差があったためである。その影響による誤差は、純 Nb の測定結果と比較しても解かる様に測定値のばらつきの範囲に入っている。

加熱炉の温度分布

試料および標準試料の長さは、標準で約 80mm と、比較的長い物を使用する。従って、試料内部での温度斑が生じやすい。試料内の温度分布が大きいと、それに起因する試料内部における局所的な歪み応力により、クラックなどが生じやすく、正確な熱膨張を測定することが出来ない。そこで、電気炉の長さ方向の温度分布と、中心部における温度分布を調べておく必要がある。

炉の温度分布は、温度が高くなるほど差が出るはずである。そこで、試料温度約 950K での電気炉内の温度分布を測定した。

結果を Fig. 5 に示す。試料が約 80mm の場合、炉の左端から約 22cm のところが試料の中心部となる。また、試料および標準試料の熱電対は炉の左端から約 25~26cm の所に設置されている。図から炉の温度分布は、試料が設置されている部分でほぼ一定であったので、熱膨張測定には殆ど影響を与えないと思われる。炉の中心（左端から 22cm）での上下左右の温度分布はほぼ均一であり、特に、炉の水平方向において、温度が一樣であったので、試料および標準試料管の温度差は無視出来るものとして測定を行うことが出来る。

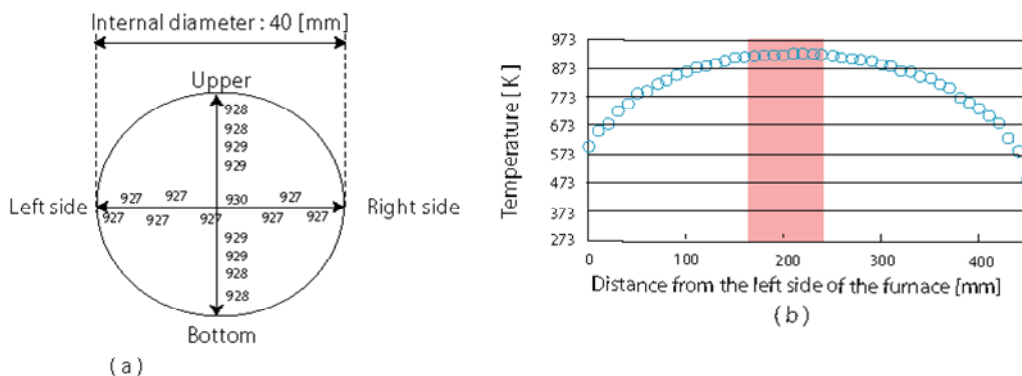


Fig.5 炉内温度分布測定結果

IV 制御理論

・ はじめに

制御とは“ある目的に適合するように、対象となっているものに所要の操作を加えること”と定義されている。感覚的にわかりやすく言い換えるならば、機械を思い通りに操作することである。制御の対象としては自動車、飛行機、ロケット、ロボットなどのあらゆるメカニズムが考えられるし、化学プラントなども制御の対象である。身近なところではアクセルを踏む量を調整してスピードを変えるのも制御だし、ポットの温度を一定に保つための電源の ON/OFF も制御である。また制御の対象は機械ばかりでなく、人間自身であることもある。歩く速さを調整したり、やわらかいものを握るときに力を加減したり、あるいは眩しいときに瞳孔を狭くするのも制御である。人間が行っている本能的な制御を機械に置き換えているのがロボットなのである。人間が歩くことは普通のことであるが、ロボットの場合には2足歩行させるだけでも難しい。このように、制御を考える場合には、常に対象があつてこの対象の中の注目している物理量が命令の通りになるようなそうさが必要となる。制御工学では、このような対象を制御対象といい、注目している物理量を制御量、必要とされている操作を操作量、与えられる命令のことを制御命令と呼んでいる。

制御には完全に機械だけで行わせる制御と人間が介在する制御がある。機械だけの制御が完全自動化された装置であり、人間の介在を必要とする装置が半自動化装置である。車も半自動化された制御の例と考えてよい。ドライバーがハンドル操作することで進行方向が制御され、アクセルやブレーキを踏むことで速度が制限される。半自動化装置の特徴は、意思決定が人間の判断に任されていることが多い点である。逆に言えば、制御技術の中で意思決定が一番難しい技術であるということもできるだろう。

何かを制御しようとする場合、「計る」という動作が不可欠である。従つて「計測」と「制御」は不可なのである。この計測を担当する装置がセンサであり、適当なセンサがない場合には人間が介在せざるをえなくなる。自動化が困難な装置の原因の大半はセンサと意思決定にあるといつてもいいだろう。

ところで、古典制御理論は数学的には複素関数論をベースにしており、伝達関数と呼ばれる線形の入出力システムとして表された制御対象を中心に周波数応答などを評価して望みの挙動を達成する制御理論である。この古典制御理論に対して最適制御理論は線形代数学をベースにしており、ラプラス変換¹ではなく制御対象を時間関数そのままに取り扱っている。最適制御理論以降では適応制御理論、ロバスト制御理論、 H_∞ 最適制御理論などの理論が発展してきたが、今回は古典制御理論を用いて対象の温度制御を行うこととする。

以下に古典制御理論において最も代表的である PID 制御の原理、温度制御モデル、および PID 値の実験による決定法について説明していく。

PID 制御の原理

PID の一般的な構成（伝達関数）は、

$$G_c(s) = K_p \left(1 + \frac{1}{T_i s} + T_d s \right) \quad (1)$$

で与えられる。ここで K_p : 比例ゲイン, T_i : 積分時間, T_d : 微分時間, である。上式は偏差信号 $\delta(s)$ に

¹ ラプラス変換: $F(s) \equiv \int_0^\infty e^{-st} f(t) dt$ で定義される積分変換。

対して指令操作量 $\delta_d(s)$ を,

$$\delta_c(s) = K_p \left(1 + \frac{1}{T_i s} + T_d s \right) \varepsilon(s) \quad (2)$$

で発生することを意味している。即ち、指令操作量を、偏差信号 $\delta(s)$ の比例要素(Proportional)、積分要素(Integral)、微分要素(Derivative)の和で決定する。積分要素は制御系に残る定常偏差を防止するための補償であり、微分要素は応答を早めるための補償である。PID 制御器の場合制御器の構造が決まっておりパラメータ K_p , T_i , T_d の値を決定することが PID 制御器の設計ということになる。PID の 3 つの要素のうち全部を使わなければならないということではなく制御系によって要素の組合せを選択できる。比例要素は常に用いられ、比例制御 (P 制御) だけでは定常偏差が残る場合に積分補償を加えて比例 + 積分制御 (PI 制御) にし、さらに応答性を改善したい場合に微分補償を追加した比例 + 積分 + 微分制御 (PID 制御) を考えるのは一般的な設計手法である。

PID 制御器の伝達関数である(2.1)式は

$$G_c(s) = \frac{K_p(1 + T_i s + T_i T_d s^2)}{T_i s} \quad (3)$$

と変形されて、(3)式のボード線図²は図 6 の通りである。低周波数領域で積分特性を有し、高周波数領域では微分特性を有している。図 6(a) の例では $K_p=1$ としているので中域でのゲインが 0dB になっているが、 K_p の値によってゲイン線図³全体が上下に平行移動する。位相特性はゲインにはよらない。

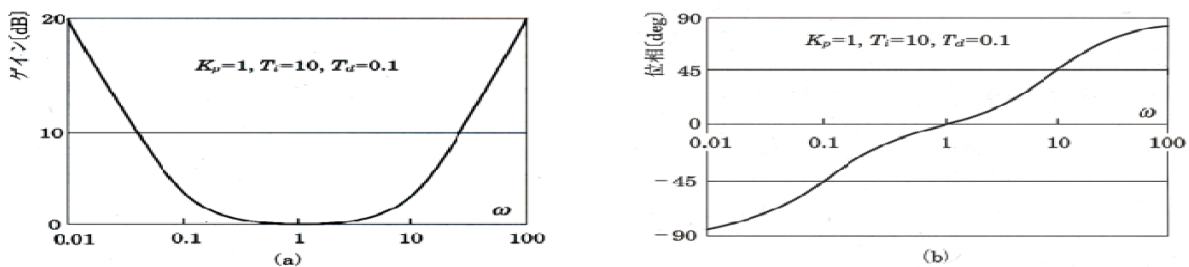


Fig. 6 PID 制御器の位相線図

温度制御モデル

制御工学では個々の装置の外形や構成に全く無関係にその装置の本質的な特性のみ注目して解析、設計を行う学問であり、そのときの制御対象は機械振動系から電気回路、航空機、科学プラントまでと非常に幅広いものである。しかし、取り扱う制御対象によって異なるのは制御対象の伝達関数だけであり、制御対象を伝達関数表示した後は統一的な制御理論によって制御系の設計が行われる。この制御対象を伝達関数表示することを制御対象のモデル化という。つまり、モデル化とは制御対象のブロックを数学的にどのように表現するかという問題であるといえる。今回、構成したのは温度計測・制御システムである。

閉ループを形成して出力側の信号を入力側へもどすことをフィードバックといい、フィードバックによって制御量を目標値と比較し、それらを一致させるように訂正動作を行う制御をフィードバック制御

² ボード線図：伝達関数の絶対値、位相角と角周波数の関係をグラフに示したもの。

³ ゲイン線図：伝達関数の絶対値と角周波数の関係をグラフに示したもの。

という．この制御系は次のような場合に有効である．

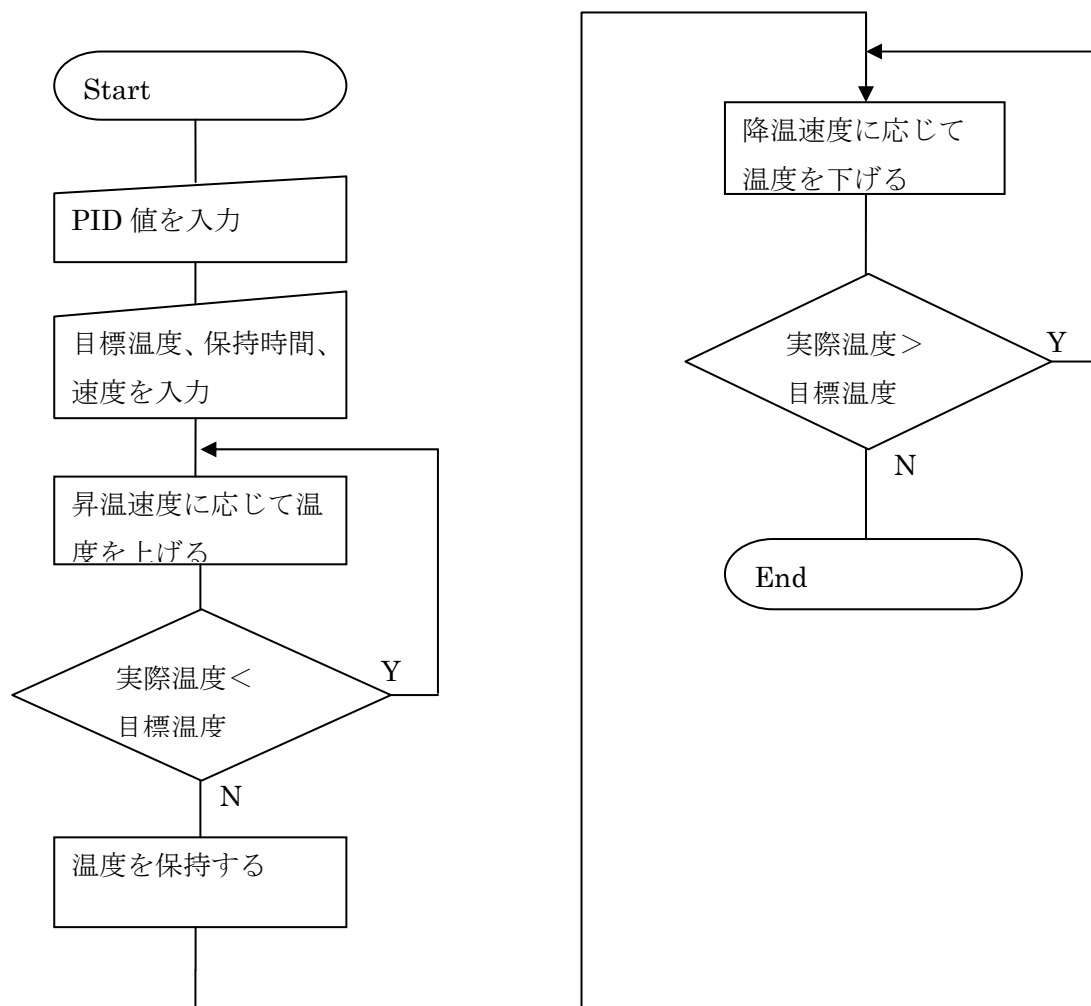
制御対象の動作特性に関する情報が得にくく，また得られたとしても不正確である．

外乱によって，制御対象の得しえが予期しない変動をし，制御系の応答が影響を受ける．

任意に変化する目標値に追従する．

上記のような理由から，今回使用はフィードバック制御を制御原理とした．

今回目的としたプログラムの代表的なフローチャートは以下の通り



操作手順としては追補の EC1103 型プログラム調節器取扱説明書の 5 章を参考に行う。この際の注意事項としてはシーケンス接点，条件，ギャランティソークは使用しないので，入力しないこと。

PID 値の決定法

PID 制御方式での課題は、各項に付く定数、 K_p ：比例ゲイン， $K_i (=1/T)$ ：積分時間， $K_d (=Td)$ ：微分時間の決め方である。

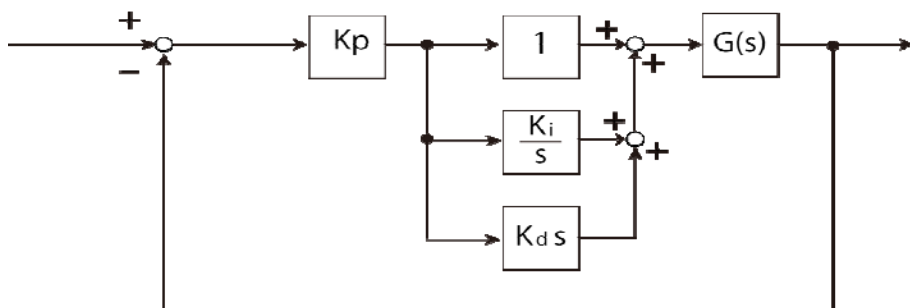


Fig. 7 PID 制御器

これらの最適値を求める方法は幾つかあるが、いずれも難解でやっかいなものである。

そこで、この PID 値は実際に制御した結果から試行錯誤し最適な値を求め、その値を設定するようにする。有名な PID 値の決定法として、ステップ応答法と周波数応答法，及び限界感度法が挙げられる。ここでは一時遅れ系の場合についてのステップ応答法での PID 値の求め方を記述する。

まず、制御系の入力にステップ信号を加え、その出力結果が下図だとする。(パラメータは適当に設定しておく)

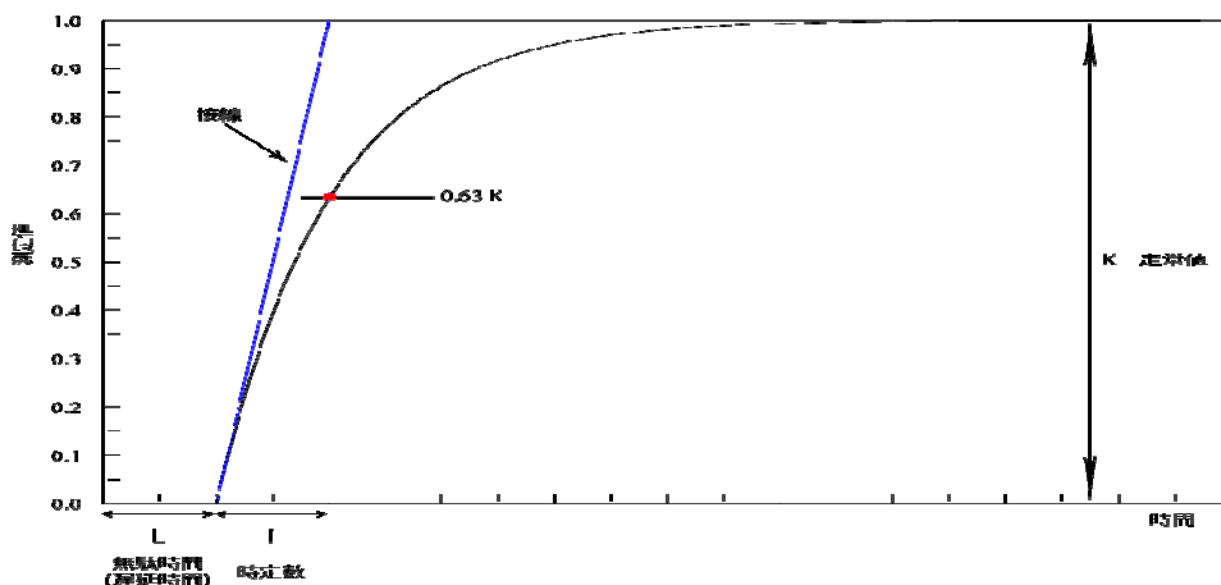


Fig. 8 一時遅れ系の時定数の意味

上図のように立ち上がりの曲線に接線を引き、それと軸との交点，定常値の約 63%⁴に当たる値になったところの 2 点から L：無駄時間と T：時定数，K：定常値の 3 つの値を求める。

具体的な手法としては，立ち上がりの曲線を最小二乗法による直線回帰の公式にあてはめ，変曲点と

⁴ 時定数：出力が入力の 63%に到達するまでの時間が一時遅れ系の時定数。

の接線を求める。変曲点が不明な場合は、数サンプリング点毎に最小二乗法によって直線回帰する作業を1点ずつずらして、ステップ入力開始から測定終了まで行う。最も傾きが大きかった回帰直線の組が変曲点を含んでいると判断し、その回帰直線を接線とする。最小二乗法による直線回帰の公式を以下に示す。

$$a = \frac{\sum x_i y_i - n \bar{x} \bar{y}}{\sum x_i^2 - n \bar{x}^2} \quad \dots \text{傾き}$$

$$b = \bar{y} - a \bar{x} \quad \dots \text{切片}$$

$$n: \text{データ数} \quad \bar{y}: y \text{データの平均値} \quad \bar{x}: x \text{データの平均値} \quad (4)$$

各パラメータの違いは特性の違いとなって現れる。各パラメータを大きくとれば微分，積分効果が早めに効くためオーバーシュートが大き目となる。逆に各パラメータを小さくすると微分，積分効果の効きが遅いためオーバーシュートは小さめとなる。

Table 4 離散式 PID パラメータ設定推奨値

制御動作種別	Kp ⁵ の値	Ki ⁶ の値	Kd ⁷ の値
P 制御	0.3～0.7 T / K L	0	0
PI 制御	0.35～0.6 T / K L	0.3～0.6 T / K L	0
PID 制御	0.6～0.95 T / K L	0.6～0.7 / K L	0.3～0.45 T / K

結び

本章では古典制御理論，とりわけ PID 制御を中心に記述してきたが，他にも現代制御理論を基に確立された線形システム理論，多変数制御理論，最適制御理論，非線形制御系の安定問題，適応制御理論などが存在する。

⁵ : プロセス(比例)ゲイン。操作値変化量と測定値変化量の比。(= 100 / P)

⁶ : 積分動作定数。Ki = Kp / I であり，I は積分時間である。

⁷ : 微分動作定数。Kd = Kp * D であり，D は微分時間である。

V ハードウェア

はじめに

今回製作したシステムは対象の熱制御を行うためのものである。そこで、対象の状態を観測、分析し目的の数値に近づけるための各種操作量を決定、算出された操作量を制御する制御器にて操作量に見合った出力を出し、対象を制御するといった機構が必要となる。

この章では、製作したシステムを構成している各要素について解説していく。また、操作量として AC 電力を制御するため、AC POWER Controller の制御方式についても解説していく。

本システムのハードウェア構成

本システムは、前述の通り、対象の熱を制御するものである。そこで、制御に必要な要素を以下の 5 つとした。

- ・ EC1103 型プログラム調節器
- ・ ソリッドステートリレー (SSR)
- ・ 佐藤・本田型プッシュロッド式示差熱膨張計
- ・ 変圧器 100AC
- ・ E タイプ熱電対

今回の構成では、制御対象を佐藤・本田式プッシュロッド式示差熱膨張計の炉とし、E タイプ熱電対を使用し、熱起電力を測定することで対象の温度を測定する。E タイプ熱電対は EC1103 型プログラム調節器に接続され、測定された温度から電力の出力を決定し、炉を加熱する。以上が本システムの動作の流れである。

「EC1103 型プログラム調節器」

今回使用したプログラム調節器は大倉理研製である。スペックは以下の通り。

- ・ PID 値の設定及びプログラムの入力が可能
- ・ サンプリング周期 3 点/1 秒
- ・ 表示分解能 0.1℃
- ・ 制御周期 1 秒/3 点
- ・ 3ch 同時独立制御
- ・ 熱電対入力

Ch.1, Ch.2 : タイプ E

Ch.3 : タイプ K



Fig. 9 EC1103 型温度調節器

「ソリッドステートリレー (SSR)」

今回使用した SSR はシマデン製の PAC04 シリーズである。炉に掛かる電圧の ON/OFF をするスイッチとして使用。スペックは以下の通り。

- ・ 電源 100~240V AC

- ・ 使用負荷電圧範囲 50V～264V AC
- ・ 電流容量 10A
- ・ 制御入力
 - 操作電圧 4.5～32V DC
 - オフ電圧 1.0V DC 以下
 - 入力抵抗 $1.5 \sim 8k\Omega \pm 20\%$
- ・ 制御素子 トライアック
- ・ 制御方式 ゼロ電圧スイッチング方式
- ・ 出力特性
 - オフ時漏れ電流 12mA 以下
 - オン時電圧降下 1.5V 以下
 - 最小動作電流 100mA



Fig. 10 SSR (PAC04 シリーズ)

「本多・佐藤型プッシュロッド式示差熱膨張計」

- ・ 測定温度範囲 室温～1300K
- ・ 雰囲気 真空中またはガス雰囲気中
- ・ 真空度 0.1Pa
- ・ 標準偏差 (1km) : $\pm 1.5\text{mm}$
- ・ 視界 $1^\circ \sim 20^\circ$

「変圧器」

- ・ 出力範囲 0V～130V

「E タイプ熱電対」

- ・ Ni-Cr 合金
- ・ 使用温度範囲 73K～573K
- ・ 過熱使用限度 1073K
- ・ JIS に定められた熱電対の中でも最も高い熱起電力特性を有している。

「交流電力の制御法：リレー」

対象の温度制御を行う際に、対象・ないしはヒーターを加熱する必要がある。その代表的な制御方法として on/off の二値制御と AC 電力の位相を制御する位相制御方式がある。また、その制御はリレーにて行われるが、リレーにも稼動部がある有接点リレーと稼動部がない無接点リレー (SSR) がある。有接点リレーとは、機械的にスイッチングすることにより on/off が決められる最も単純な機械式のリレーである。物理的にスイッチングが行われるために、接点の磨耗による寿命が存在し、高速動作にも適さない。それに対して SSD では稼動接点部分を持たないため、有接点リレーにない多くの特徴を持っている。中でも稼動接点部分がないために接点の磨耗が無いことが大きな特徴である。その他にも高速・高頻開閉に対応できることや接触不良が無いこと、ノイズの発生が少ない (ゼロクロススイッチング)、動作音がないことなど、多くの長所を持っており、幅広い分野での用途に適している。

SSR には、半導体スイッチング素子が使われ、いくつか種類がある。代表的なものとしてサイリスタ、トライアック、ダイオード、トランジスタなどとなっている。今回は交流にて高速動作・高頻度開閉を

行うため、上記の SSR を使用することとし、素子は SSD の中でも代表的なトライアックを用いた。

「トライアック」

トライアック (TRIAC) とは、双方向サイリスタとも呼ばれ、二つのサイリスタを逆並列に接続し、双方向の電流を流せるようにしたものである。これにより、交流・直流のどちらにも使用出来、中でも交流の双方向スイッチング制御をもっとも得意とする素子である。主に交流の双方向スイッチング制御に用いられている。

「回路構成」

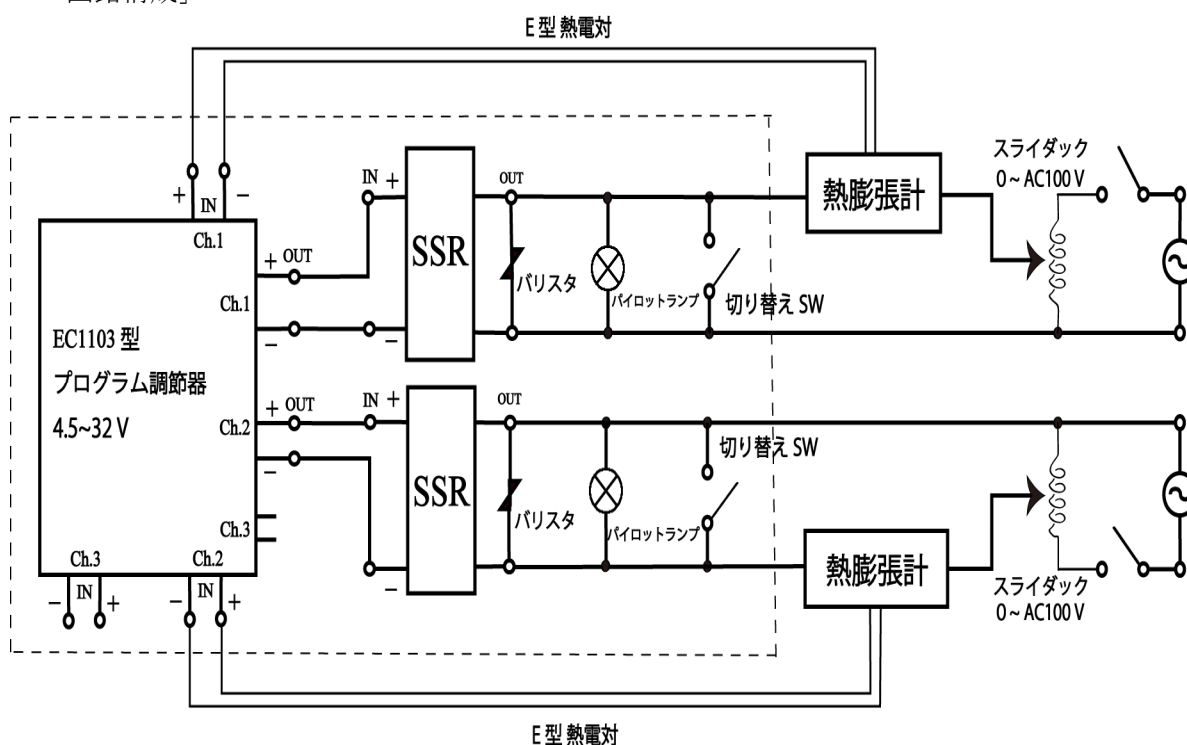
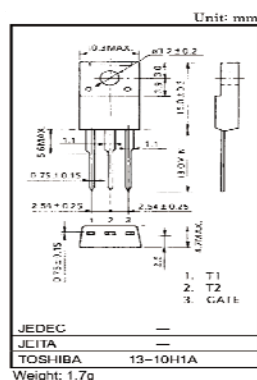
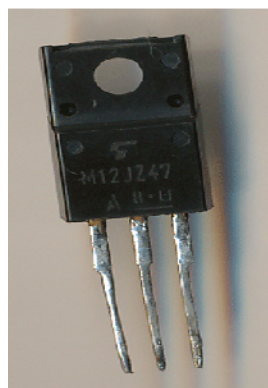


Fig. 11 熱膨張測定システムのブロックダイアグラム及び回路図

【動作原理】

炉に設置した熱電対の起電力から EC1103 型プログラム調節器が温度を算出し、プログラムに沿うように電力の on/off を行う信号を出す。SSR が EC1103 型プログラム調節器からの信号を受け取り、炉に電圧を加えるかどうかのスイッチの役目を果たす。炉に加える電力は変圧器から 40V の電圧を供給する。



Note 1: di / dt test condition
 $V_{DRM} = 0.5 \times \text{Rated}$
 $I_{TM} \leq 17A$
 $t_{gw} \geq 10\mu s$
 $t_{gr} \leq 250ns$
 $i_{gp} = I_{GT} \times 2.0$

Fig.12 トライアック M12JZ47

VII 実験手順

熱膨張を測定する金属水素化物試料 (Nb-H) はすでにセットされている。したがって数値計算するときの L , a の値は本体に付置してある値を使用すること。

(平成 23 年度以降は、No.1 は $L_0=82.52\text{mm}$, $a=9.85\text{mm}$; No.2 は $L_0=83.01\text{mm}$, $a=10.10\text{mm}$)

(1) 回路図に示すように装置は、コネクタ付きコードで結線されている。d はスケールの位置で決まるので、本体ミラー位置からスケールまでを巻き尺で測ること。石英管は Na 等に弱く失透してしまうので、素手では決して触らない様に。

本体の側面にあるリーク弁を閉じ、ガイスラー管スイッチを On にしながら油回転ポンプを動作させる。動作後約 10 秒で回転音はしだいに小さくなり、約 1 分後ではほぼ規則的な音となる。ガイスラー管はピンク色が現れ次第に薄くなる (真空装置の参考書のガイスラー管参照)。

(2) オートレベル (読み取り望遠鏡) の照明ランプを ON にしてから接眼部のつまみを調節して十字線が良く見えるようにする。次に反射鏡にスケールの目盛りが入るように調整し望遠鏡 (オートレベル) のピントを合わせる。

(3) PID 温度制御システムの電源を入れ、「D」Key を押して自分の装置の Channel (No.1 か No.2) を選択する。「D」Key はプログラムを走らせている途中で切り替えて、別の Channel の温度を点検する事が出来る。炉の温度が室温になっていることを確認したら(上段の表示)、「Run」Key を押して測定を開始する。プログラムは既に入力して有るが、入って居ない場合は装置付属のマニュアルを参照しながら PID パラメータを入力する。

(4) ガイスラー管の蛍光色 (紫から緑色) がほとんど消えて (10^{-3} [Torr]) いることを確認する。これより悪い真空度で加熱すると試料の酸化が起こる。

(5) 冷却水を流す。全開にすると圧力が上がってホースが外れることも有るので半開にする。

(6) プログラムが未入力の場合、マニュアルを見て昇温目標温度、昇温速度、保持時間、降温目標温度、降温速度を入力する。この場合試料を急激に加熱すると熱電対によって測られた温度と実際の試料の温度との間に差が生ずるので 3 K/min とする。測定間隔は 2 分毎 とするのが望ましい。測定最高温度は 550 [K] までとする。保持時間は 5 分程度でよい。

(7) スライダックを 40 [V] に設定し、プログラムを開始 (Run スイッチを押す) する。

(8) 測定値 (炉温、試料温度、時刻、スケールの目盛り) を記録すると同時に方眼紙にグラフを描いてゆく。(どちらの装置から始めても良いが、No. 2 装置 (74% 金属水素化物 (Nb-H_{74})) と No. 1 装置の 54% ニオブ水素化物を交互に一週ずつ使用する。)

(9) プログラムが進行すると、次に昇温目標温度に到達後、5 分の保持時間を経て温度降下の測定となる (記録は 2 分毎にする)。

(10) 炉温 470 K 以下になったら、手動で電気炉をレールにそって徐々に静かに引き出す。

(11) 試料温度が 400 K 以下になったら、扇風機で石英管を冷やしつつ装置の動作を停止する。

スライダックの電圧を零にする。

試料の温度が 360 K 以下まで降下したことを確認する。

油回転ポンプを停止し、ただちにリーク弁を手前に引いて空気を入れる。この操作を怠ると油回転ポンプの油が装置内に入るので必ず行うこと。

冷却水と扇風機を止め、メインスイッチを切る。

VII 課題

どちらの装置から始めても良いが、No.2 装置（74%金属水素化物（Nb-H₇₄））と No.1 装置（54%金属水素化物（Nb-H₅₄））を交互に一週ずつ使用して、試料の熱膨張特性を測定する。

VII 章を参考に、炉の温度計測・自動温度制御システムについては事前に学んでおくこと。実験時間に制限があるので、本測定では昇温・降温速度は 3K/min で行う。

炉温、時刻の記録を基にして、縦軸に炉温 K（制御器は実用上℃単位を使っているので換算する）横軸に実験開始からの経過時間 min を採って、炉温の制御状況をグラフで示せ（テキストのグラフはレコーダー記録なので縦軸は起電力 mV に成っているが、Excel で描く場合は炉温 K とする）。

次に試料温度、スケール目盛りの記録を基にして、縦軸に試料の線熱膨張率 $\alpha = \Delta L / L_0$ 、横軸に試料温度を採って、金属水素化物と純金属の熱膨張の温度依存性を示せ。

（2）純金属（本実験ではニオブ Nb：図 13）と金属水素化物（Nb-H）の熱膨張挙動の違いについて、解説や追補、図書館の参考文献などを基にして考察せよ。実用金属は多くの場合、目的に応じて様々な合金や熱処理が加えられる。その場合、純物質の熱的特性に加えて、合金化による影響が表れることが多い。本実験での水素化金属の様に相転移が終わった後の挙動は、純金属の膨張と同様な傾き（温度依存性）が見られることが多い。

また昇温時と降温時で其の挙動が異なる現象を熱ヒステリシスと云う。これは磁性体の磁化特性でも顕著に現れ、磁気ヒステリシスと呼ばれる。本実験で現れた熱ヒステリシスの挙動に対して、濃度の違いに対しては状態図を、其の物性については解説や追補、図書館の文献などを参考にして併せて考察せよ。

（3）本測定システムは様々な意味で、多くの工夫が凝らされて居り実用上も重要な点が多い。炉の温度制御には、2 年次でも習った典型的な自動制御が使われている。PID 自動制御について、解説や追補、図書館の参考文献などを基にして、測定した炉温の時間変化のグラフの変化について考察せよ。その際に、電力調整用トライアックの SSR のゼロクロススイッチング機構は、結果についてどの様な利点をもたらしていたか述べよ。

ここでは熱膨張測定に光学てこ（Optical Lever）を利用して、電磁気適ノイズを除去しつつ高精度化を図っている。光学てこの使用の利点と、望遠鏡測定における示差を考慮した事について、併せて考察せよ。

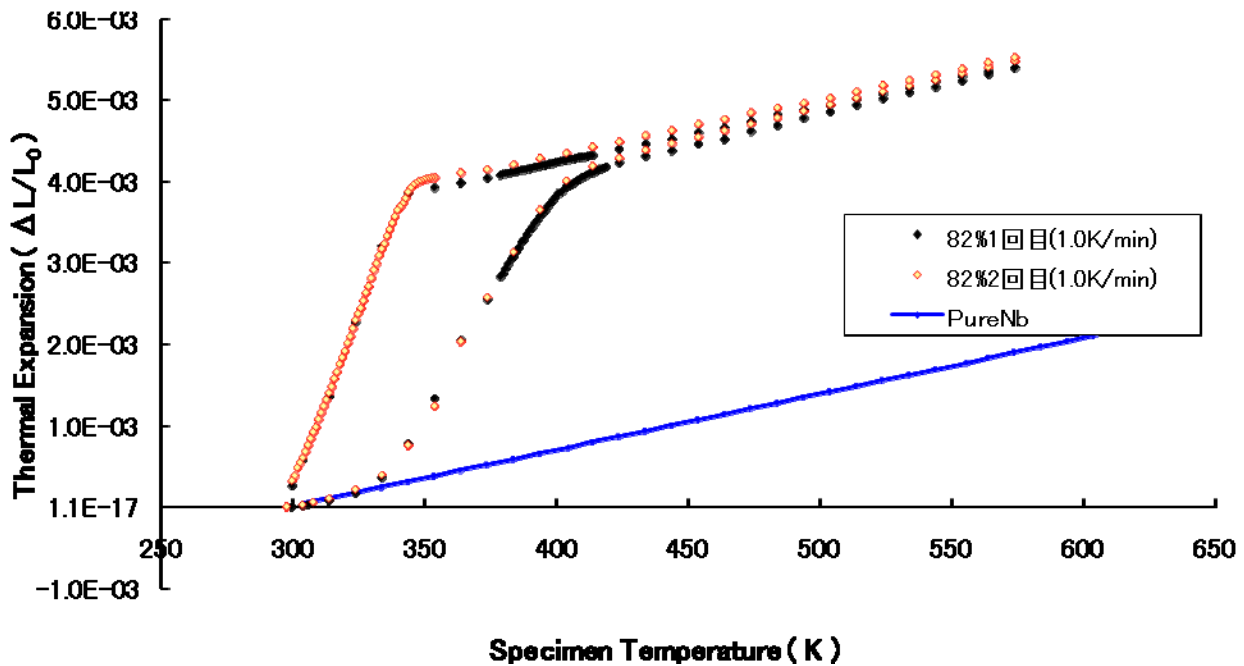


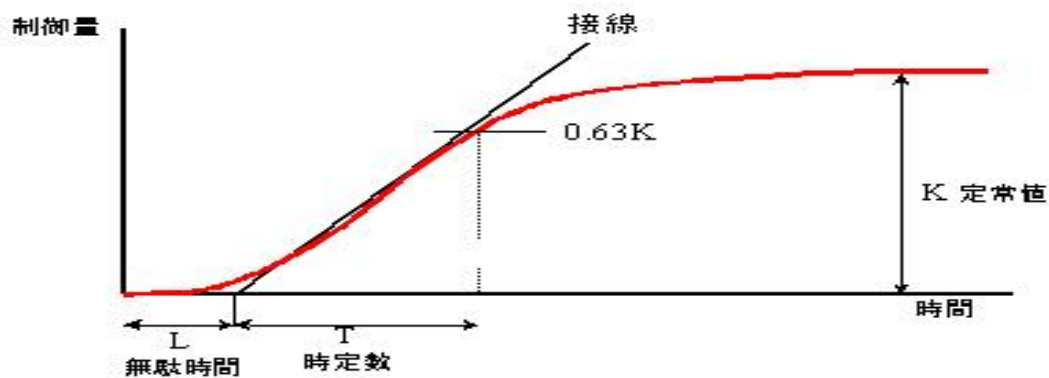
Fig.13 NbH_{0.82} 試料の熱膨張係数の温度依存再現性と相転移の熱履歴
(比較のために純 Nb の熱膨張の温度依存性も示す)

IX 追補

PID 値パラメータの求め方

ステップ応答法による PID 値パラメータの設定方法を示す.

- (1)まず PID 値パラメータを適当に入力しておく.
- (2)目標温度まで温度を上げて出力結果を記録.



- (3)上図のように立ち上がりの曲線に接線を引き、それと軸との交点、定常値の 63%に当たる値になつた所の 2 点から、L：無駄時間 T：時定数 K：定常値の 3 つの値を求める.
- (4)各値を使用して K_p, K_i, K_d の値を求める. (対応表は表 1 を参照)
- (5)その後、その値を参考にして結果を考慮しつつ最適な値を見つける.

注意事項

D 値に関しては外乱等がなければわかり難いので、それを念頭においておくこと.

測量用オートレベル

水準儀を三脚で設置した場合、水準儀の望遠鏡を自動的に水平にする装置のついたものをいう。現在の水準儀は通常この装置がついている。

水準儀：水準測量に用いる測量機械。三脚を付けた支架に、水準器を取り付けた望遠鏡を載せたもの。
水準測量：地表上の各地点相互間の高低差の測量。水準儀と標尺を用いて直接二点間の高低差を求める直接水準測量と、三角水準測量・気圧水準測量・スタジア測量などの水準儀を用いない間接水準測量などがある。

オートレベルの仕様：

項目/タイプ：STS 社製 FS-26
標準偏差（1Km）： $\pm 1.5 \text{ mm}$
望遠鏡倍率：正像 26 倍
対物レンズ有効径：40 mm
視界： $1^\circ 20'$
最短合焦距離：0.3 m
スタジア乗数：100
スタジア加数：0
自動補正範囲： $\pm 15'$
繰り返し精度： $\pm 0.5''$
円型気泡管感度： $8' / 2 \text{ mm}$
最小水平目盛り： 1°
防水：◎
重量：1.7 kg



Fig. 14 測量用オートレベルを用いた光学系

・精密光学測定における示差

2点 P, Q に対し眼を E_1 から E_2 に動かせば、見かけ上 P に対し角 $(\alpha + \beta)$ だけ左に、また P は Q に対し同だけ右に移動する。

このように眼の位置を変化するとき、1 標点に対して他点の位置が変化して見える現象を示差という。示差は 2 点れているために生じ、2 点が一致すればなくなる。

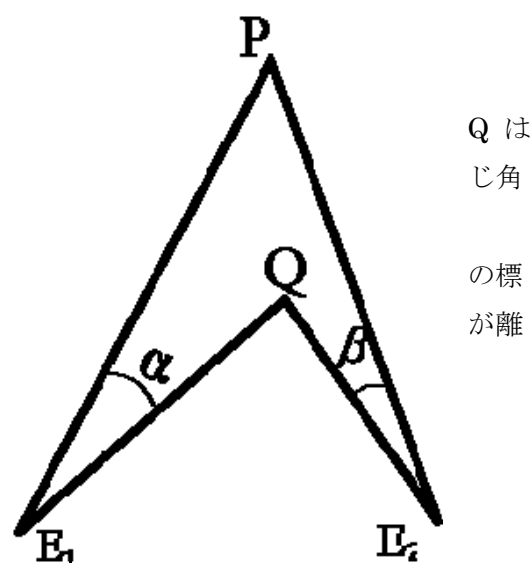


Fig.15 精密光学測定における示差

X 温度計測・制御システム運転試験結果

対象を実際に制御するには，その制御対象の特性を知ることが必要不可欠となる．そのため実際に高精度制御を行う前に運用試験も兼ね，いくつかの試験項目に従い実験を行った．参考までに以下に行った実験の試験項目及び結果を示す．

・試験項目

1. PID 値を最大で観測．(P=1000.0[%], I=100.0[min], D=10.00[min])
2. PID 値を最小で観測．(P=0.10[%], I=0.01[min], D=0.00[min])
3. PID 値を中間値で観測．(P=500.1[%], I=50.01[min], D=5.00[min])
4. 観測結果を考慮し，PID 値の最適値を探す．

テストプログラム内容

開始温度 303K

昇温速度 2K/min

昇温目標温度 473K

保持時間 5min

降温速度 2K/min

降温目標温度 323K

実験手順

1. PID 値を入力
2. テストプログラムを入力
3. RUN
4. 結果を見て PID 値を再入力して RUN を繰り返す

結果

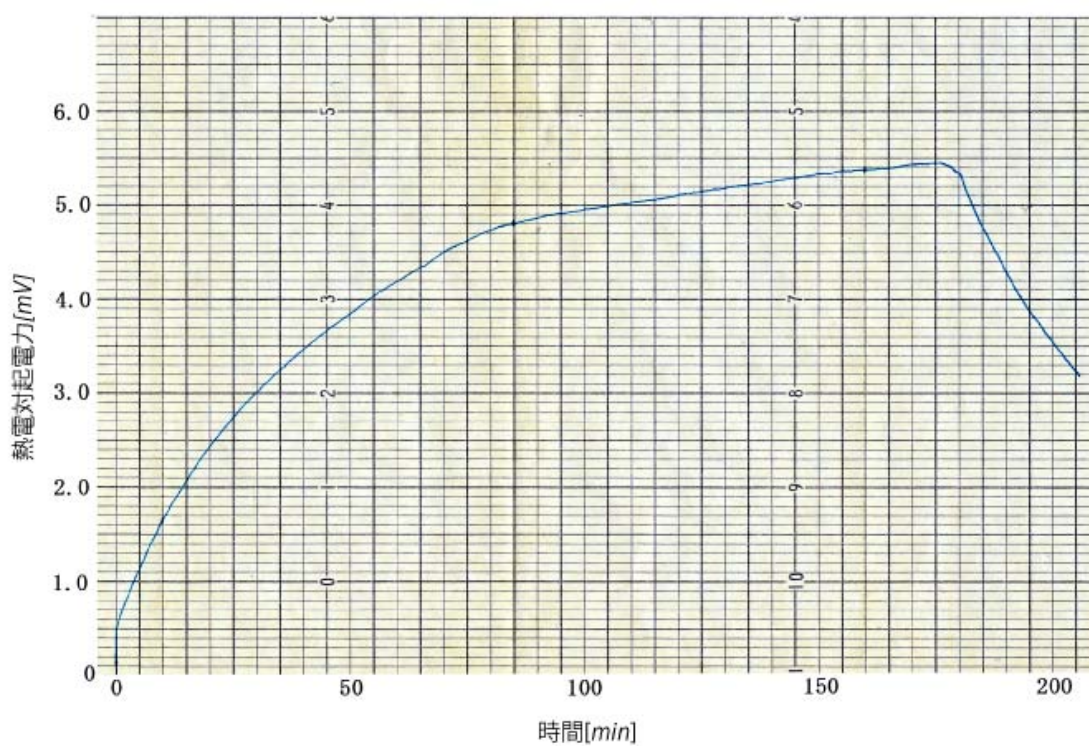


Fig.16 PID 値が最大で計測した結果

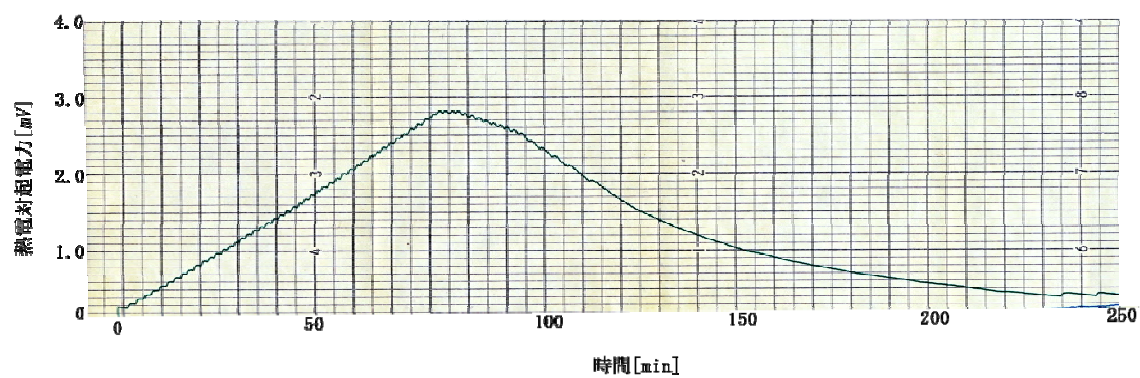


Fig. 17 PID 値が最小で計測した結果

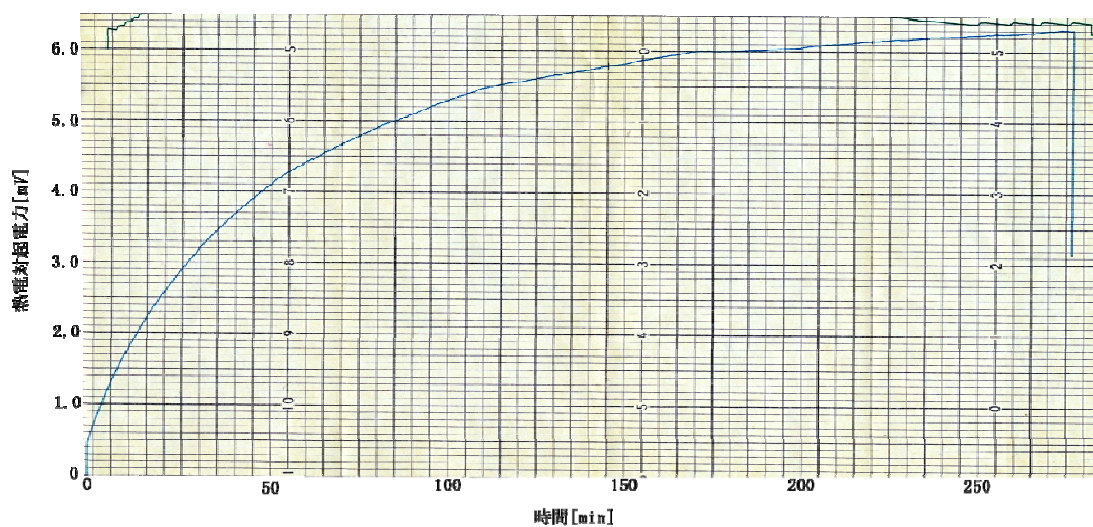


Fig. 18 PID 値が中間値で計測した結果

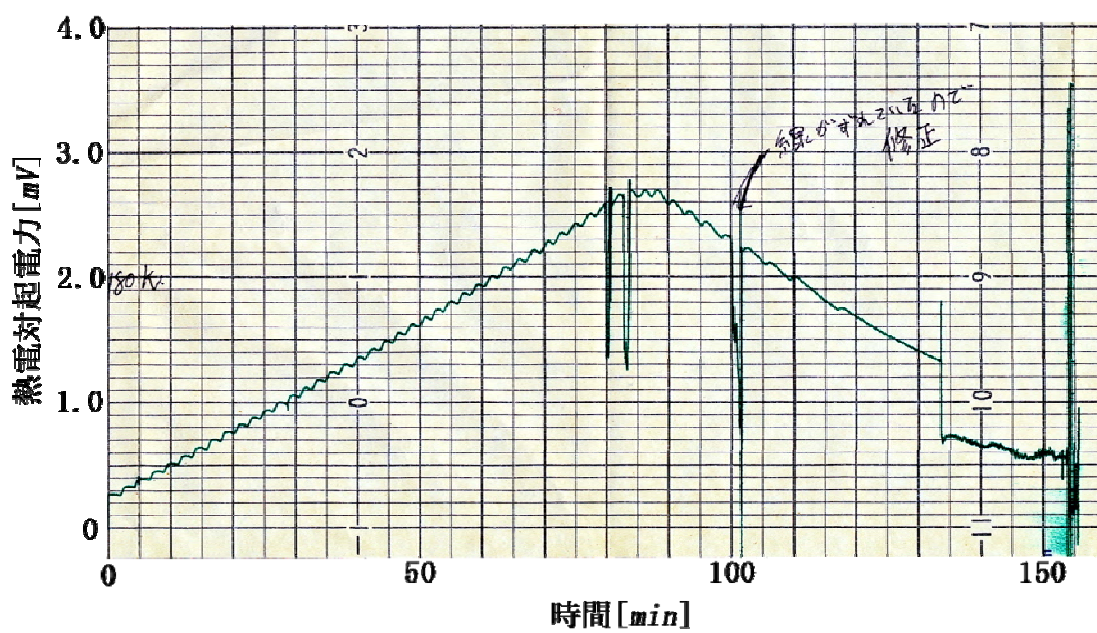


Fig.19 PID 値が適値で計測した結果

適値

P=5%

I=0.01min

D=1.00min

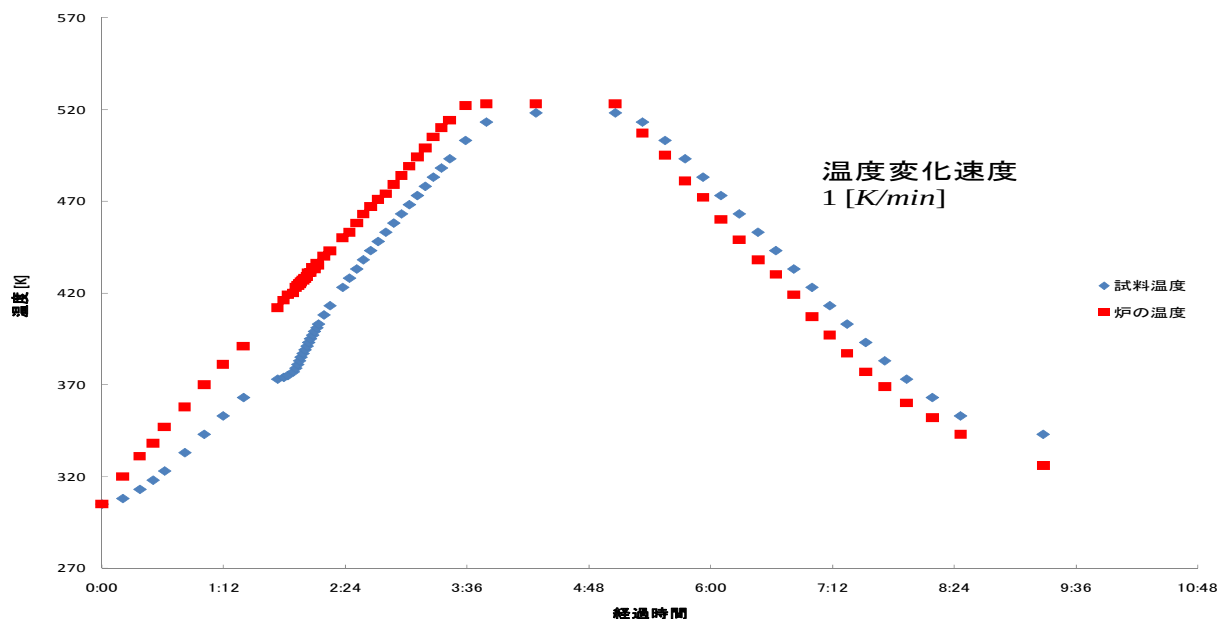


Fig.20 炉の温度状態と相転移吸熱反応を示す試料 (Nb-H_{0.54}) 温度曲線

Fig.16 から Fig.19 の結果は出力電力を一定とした ON/OFF 制御で測定した。Fig.19 のグラフは PID 値に適値を入力した際の炉温の時間変化である。Fig.20 は実際に熱膨張測定を行った際の炉の温度と試料温度の関係を表したグラフで、炉温が正確に制御されている事と、相転移点近傍で試料に吸熱反応があらわれている事が観測されている。降温の際は 370K 付近からはプログラムの制御を外れ、ニュートンの冷却法則に支配されていることも解かる。

ニュートンの冷却法則

対流熱輸送係数 h は、対流により熱輸送が行われるときの熱量計算に用いられる輸送係数である。これはニュートンにより導入され、対流の機構が解明されるまでは流れに特徴的な量であると考えられてきた。空気中に置かれた物体の冷却を定量的に記述するために、ニュートンは次の方程式を提案した。

$$q = hA(T_{\text{surface}} - T_{\text{fluid}})$$

ここで、 $q(\text{W})$ は温度 $T_{\text{surface}}(\text{K})$ の物体の表面積 $A(\text{m}^2)$ を通して温度 $T_{\text{fluid}}(\text{K})$ の流体に単位時間あたりに輸送される熱量である。この方程式はニュートンの冷却の法則として知られているが実際は h の定義式であるといえる。この係数は物体の表面における垂直方向の流体温度勾配と流体の熱伝導率により定義され、単位は $\text{W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$ (工学単位系では $\text{Btu}/(\text{h} \cdot \text{ft}^2 \cdot ^\circ \text{F})$ である)

以上のことから、本システムは物質の熱物理特性、特にその熱膨張特性を明らかにし、測定システムについての基礎制御理論を学ぶことが出来る実験教材として相応しいものとして利用できるものと考えられる。

参考文献

自動制御関係

1. 江口弘文著『初めて学ぶ PID 制御の基礎』東京電機大学出版局, 2006
2. 小川鑛一著『制御工学 上 - フィードバック制御の基礎 - 』東京電機大学出版局, 2005
3. 小川鑛一著『制御工学 下 - 現代制御理論の基礎 - 』東京電機大学出版局, 2005
4. 中野道雄著『制御基礎理論 [古典から現代まで] 』昭晃堂, 1986

金属水素化物関係

1. 深井有, 田中一英, 内田裕久: 水素と金属: 次世代への材料学, 内田老鶴圃, 1998
2. 水素エネルギーシステム研究会編: 水素エネルギー読本, オーム社, 1982
3. 大角泰章: 新版 水素吸蔵合金 その物性と応用, アグネ技術センター, 1993
4. 田村英雄: 水素吸蔵合金 ~基礎から最先端技術まで~, NTS INC., 1998
5. M.Kano, et.al.: *Acta metal.*, **36**, 1553-1562, 1988
6. 三浦憲司、福富洋志、小野寺秀博: 見方・考え方 合金状態図, オーム社, 2003

熱膨張・相転移・比熱容量関係

1. M.Kano: *J.Phys.E.*, **22**, 907, 1989
2. T. Plackowski, et.al.: *Physica B*, **212**, 119-124, 1995
3. 阿部秀夫: 金属組織学序論, コロナ社, 1979
4. 大石也寿子;東京理科大学大学院理学研究科物理学専攻.修士論文.1988
5. 中野藤生, 木村初男: 相転移の統計熱力学, 朝倉書店, 1988
6. 深井有; 拡散現象の物理, 朝倉書店, 1988
7. N. I. Sorokina, et al.: *J. Alloys Compd.* **194**, 141-145, 1993
8. 渡辺直: 名古屋大学大学院工学研究科マテリアル理工学専攻修士論文, 2009
9. 小川泰樹: 山口東京理科大学基礎工学研究科基礎工学専攻修士論文, 2009